МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
31685—
2012**

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Метод определения массовой концентрации сухого остатка

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевой биотехнологии Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПБТ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. № 51)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1691-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31685—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52968—2008

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Поправка к ГОСТ 31685—2012 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Метод определения массовой концентрации сухого остатка

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2	ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике	ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике* * На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

(ИУС № 3 2015 г.)

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб 2
4 Метод анализа 2
4.1 Сущность метода 2
4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
4.3 Подготовка к проведению анализа 2
4.4 Проведение анализа 2
4.5 Обработка результатов определений 2
5 Метрологические характеристики 3
6 Контроль стабильности результатов определений в лаборатории 4
7 Требования безопасности 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ ЭТИЛОВЫЙ РЕКТИФИКОВАННЫЙ ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ

Метод определения массовой концентрации сухого остатка

Ethanol from food raw material.
Method for determination of mass concentration of dry residue

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на этиловый ректификованный спирт из пищевого сырья и устанавливает метод определения массовой концентрации сухого остатка.

Диапазон определений массовой концентрации сухого остатка в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья от 1 до 20 мг/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—93 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 5964—93 Спирт этиловый. Правила приемки и методы анализа

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

Отбор проб этилового ректификованного спирта из пищевого сырья — по ГОСТ 5964.

4 Метод анализа

4.1 Сущность метода

Часть объединенной пробы этилового ректификованного спирта из пищевого сырья, отобранной по ГОСТ 5964, высушивают при температуре 103 °С и определяют массовую концентрацию сухого остатка путем взвешивания.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,3 мг.

Пипетки 2-2-100 и 2-2-200 по ГОСТ 29169.

Чашка для выпаривания достаточной вместимости по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336, содержащий свежеприготовленный силикагель или аналогичный осушитель.

Сушильный шкаф, обеспечивающий температуру (103 ± 2) °С.

Электропечь муфельная с терморегуляцией, номинальная температура в рабочем пространстве 1000 °С, стабильность температуры при установившемся тепловом режиме ± 2 °С.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже приведенных выше.

4.3 Подготовка к проведению анализа

Перед началом измерений фарфоровую чашку прокаливают в муфельной печи при температуре 700 °С—800 °С до получения постоянной массы. Охлажденную в эксикаторе чашку взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

4.4 Проведение анализа

Чистую и сухую чашку для выпаривания, доведенную до постоянной массы, взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Пипеткой, при необходимости неоднократно, помещают в нее 300 см^3 анализируемого этилового спирта из объединенной пробы и выпаривают в кипящей водяной бане до полного исчезновения жидкости. Остаток в чашке сушат в сушильном шкафу, отрегулированном на температуру (103 ± 2) °С, в течение 30 мин. После этого чашку с высушенным остатком помещают в эксикатор, охлаждают в течение 30 мин и взвешивают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

4.5 Обработка результатов определений

4.5.1 Массовую концентрацию сухого остатка в анализируемом спирте X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 10^6}{V_0}, \quad (1)$$

где m_1 — масса чашки с остатком после высушивания, г;

m_0 — масса сухой и чистой чашки, г;

V_0 — объем анализируемого спирта, подвергаемый высушиванию, см^3.

4.5.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

4.5.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$|X_{макс} - X_{мин}| \le CR_{0,95}, \quad (3)$$

где $X_{макс}$, $X_{мин}$ — максимальное и минимальное значения из четырех параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, мг/дм^3;

$CD_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и результатов определений n

$$CR_{0,95} = f(n)\,\sigma_r. \quad (4)$$

Для $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6\,\sigma_r.$$

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют определения в соответствии с данной методикой.

4.5.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (5)$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов n определений массовой концентрации сухого остатка в анализируемом спирте, признанных приемлемыми по формулам (2), (3), мг/дм^3;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности измерений, мг/дм^3 (см. таблицу 1).

Среднеарифметическое значение $\overline{X}$ округляют до двух значащих цифр.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона определений, делают следующую запись в журнале: «массовая концентрация сухого остатка в спирте менее 1 мг/дм^3 (более 20 мг/дм^3)».

Значение массовой концентрации сухого остатка, установленное в анализируемом этиловом спирте настоящим методом, относят к абсолютному этиловому спирту без его пересчета.

5 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов анализа не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов определений.

Таблица 1

Диапазон определений массовой концентрации сухого остатка в спирте, мг/дм^3	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм^3, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Предел повторяемости r, мг/дм^3, при $n = 2$, $P = 0,95$
От 1 до 2 включ.	1,9	0,3	0,7	0,8
Св. 2 до 5 включ.	1,8	0,5	0,8	1,4
Св. 5 до 20 включ.	1,6	0,5	0,8	1,4

6 Контроль стабильности результатов определений в лаборатории

Периодичность контроля стабильности результатов определений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Контроль стабильности результатов определений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2) с применением контрольных карт Шухарта.

При этом вместо результатов, полученных с использованием стандартных образцов в лаборатории в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 6.2.2), обрабатывают полученные результаты параллельных определений массовой концентрации сухого остатка в этиловом ректификованном спирте из пищевого сырья отдельно для диапазона определений 1—2 мг/дм^3 и объединенные результаты параллельных определений для диапазонов 2—5 и 5—20 мг/дм^3. Исходные значения стандартного отклонения повторяемости σ_r получают по методике, действующей на территории государства, принявшего стандарт.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы число результатов контрольных определений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля выясняют причины отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

7 Требования безопасности

7.1 Помещение, в котором проводят определения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных по ГОСТ 12.1.005.

7.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должно быть обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.3 При проведении определений следует соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

УДК 663.5.543.06:006.354 МКС 67.160.10 Н79

Ключевые слова: спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья, сухой остаток, массовая концентрация, метод анализа, диапазон определений, высушивание, взвешивание, постоянная масса

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 17.09.2014. Подписано в печать 13.10.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 89 экз. Зак. 4264.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru